



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 **Offenlegungsschrift**
10 **DE 199 55 192 A 1**

21 Aktenzeichen: 199 55 192.8
22 Anmeldetag: 16. 11. 1999
43 Offenlegungstag: 31. 5. 2001

51 Int. Cl.⁷:
G 21 F 1/10
G 21 F 3/02
C 08 K 3/08
B 29 B 7/88
// C08L 7/00, 9/00,
23/16, 75/04, 83/04,
31/04, 27/06

DE 199 55 192 A 1

71 Anmelder:
Arntz Beteiligungs GmbH & Co. KG, 37671 Hötter,
DE

74 Vertreter:
Patentanwälte Meldau - Strauß - Flötotto, 33330
Gütersloh

72 Erfinder:
Lange, Wolfgang, 33014 Bad Driburg, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Verfahren zur Herstellung eines Strahlungsschutzmaterials

57 Um ein Verfahren zur Herstellung eines Strahlungsschutzmaterials aus einem mit einem Füller aus einem Metall hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen versetzten Polymer so weiterzubilden, dass eine wirtschaftliche Herstellung eines Strahlungsschutzmaterials mit homogener Verteilung der die Strahlung absorbierenden Bestandteile ermöglicht wird, werden dem Metall-/Metallverbindungspulver mit Korngrößen von 20 µm bis 120 µm pulverförmige Zuschlagstoffe zugemischt (Magnesiumaluminiumsilikat, Zinkstearat, Erdalkalicarbonat, -sulfat, -wolframat, Gadoliniumoxisulfid oder Elemente der Lanthanoiden- bzw. Actinoiden-Reihe). Das Gemisch wird anschließend bei Temperatur unter 180°C mit dem Elastomer verknetet und danach zur Abkühlung und zusätzlicher Homogenisierung über gekühlte Walzwerke durchgelassen, in Streifen geschnitten und durch einen Strainer mit einem Siebeinsatz (Maschenweite: 5 µm bis 1000 µm) gepresst. Dieses Gemisch wird anschließend in an sich bekannter Weise zu Folien weiterverarbeitet und ggf. vulkanisiert.

DE 199 55 192 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Strahlenschutzmaterials aus einem mit einem Füller versetzten Polymer gemäß dem Oberbegriff des Hauptanspruchs.

Strahlenschutzmaterialien bieten insbesondere Röntgenpersonal in Medizin und Technik Schutz gegen unerwünschte Strahlenbelastung; als solche Schutzmaterialien werden elastische Materialien eingesetzt, die mit Elementen hoher Ordnungszahl oder deren Verbindungen versetzt sind, und die sich aufgrund ihrer elastischen Eigenschaften zu Schutzbekleidungen verarbeiten lassen; diesen Materialien ist zur Absorption von Röntgenstrahlung Blei zugesetzt, dessen guten Strahlungsabsorptions-Eigenschaften jedoch seine Giftigkeit nachteilig gegenübersteht. Ein zu einem Schurz verarbeitetes Schutzmaterial beschreibt die US 5 247 182 A1. Dieser Schurz, der mit Befestigungsmitteln am Körper des zu untersuchenden Patienten befestigt wird, wird jedoch wegen seines großen Gewichts als hinderlich angesehen. Die US 5 278 219 A1 beschreibt eine flexible, hoch gefüllte Zusammensetzung, bestehend aus einem synthetischen thermoplastischen Elastomer wie Vinylacetat oder Verschnitte mit solcher Copolymere mit Ethylen-/Propylen-Elastomeren, dem als strahlungsabsorbierender Füller Kupfer, Blei, Zinn, Wolfram, Bleisulfid oder ein Gemisch davon eingemischt ist, wobei der Füller mindestens 90 Gew.-% ausmacht. Dieses Füllmaterial liegt pulverförmig in einem Korngrößenbereich von 38 µm bis 150 µm vor, wobei Korngrößenverteilung und Teilchenform bedeutende Parameter sind, um die gewünschte Flexibilität bei maximaler Füller-Menge zu erhalten, wobei diese Druckschrift nicht erkennen lässt, welche Maßnahmen getroffen werden müssen, um Zusammenballungen des metallischen Füllmaterials zu vermeiden und um dessen homogene Verteilung im Elastomer erreichen. Schließlich beschreibt die US 4 563 494 A1 eine Zusammensetzung mit einem synthetischen Elastomer (auf der Basis von Methacrylat mit Bor-Zusatz) mit Bleizusatz zu Strahlenschutz Zwecken, bei dem der Bor-Zusatz den Neutronenschutz verbessert. In dieser Druckschrift ist weiter das Verfahren zu dessen Herstellung angegeben. Nach deren Inhalt wird auch hier Blei von seltenen Erden abgelöst, von denen zumindest eine seltene Erde als Verbindung in Form von Oxiden, Hydroxiden, Salzen anorganischer oder organischer Säuren und Komplex-Verbindungen eingesetzt wird. Zur Herstellung werden die zumindest eine seltene Erde enthaltenden Verbindungen in einem elastomeren Bindungsmaterial aus der Gruppe mit zumindest einem Vinyl-Monomer ausgewählt aus einer Acryl- oder Methacrylsäure oder deren Ester, Styrene und substituierten Styrene-Verbindungen umfassenden Gruppe, gelöst oder dispergiert; diese Zubereitung wird dann mit einem anderen copolymerisierbaren Vinyl-Monomer und schließlich mit einem teilweise polymerisierten Produkt davon vermischt und darauf polymerisiert. Diese Lanthanoid-Verbindungen werden angeeignet in das Elastomer eingegeben und homogen feinverteilt, was bei niedrigviskosen Elastomeren – etwa PVC möglich ist. Wie eine diese in einem nicht niedrigviskosen Elastomer feinverteilt und homogen eingegeben werden können, ist in der Druckschrift nicht offenbart.

Zur Gewichtsreduzierung gegenüber traditionellen Blei- oder Bleivinylschurze schlägt die Europäische Patentanmeldung 0 371 699 ein leichteres Material mit äquivalenter Strahlungs-Absorption besonders im Bereich energiereicher Strahlung vor. Dessen Basismaterial ist ein Polymer mit 7 Gew.-% bis 30 Gew.-% eines polaren Elastomers, 0 Gew.-% bis 15 Gew.-% eines Weichmachers, und das als die Strahlung absorbierendes Material 70 Gew.-% bis 93 Gew.-% einer anorganischen Zusammensetzung aus Acryl wird gebildet

von mindestens zwei Elementen oder deren Verbindungen angepasst an den Bereich der Energie, wobei Blei den höchsten Schutz bietet. Als Polymere werden thermoplastische Stoffe genannt, nämlich Copolymerisate von Ethylen mit mindestens einem Partner von Vinyl-Acrylat, Alkyl-Acrylat, Alkyl-Methacrylat, Glycidyl-Methacrylat, Acrylsäure, Methacrylsäure, Gemischen davon, Ionomere solcher Copolymere, die mit einem der vorstehend genannten Monomere und ethylenisierter, ungesättigter Carboxylsäure und -anhydriden und anderen Derivaten davon gebildet sind. Das polymere Basismaterial soll einen "flexural modul" (ASTM D-790) im Bereich von 1 MPa bis 100 MPa haben. Für die die Strahlung absorbierenden anorganischen Bestandteile werden Elemente mit höherer Ordnungszahl genannt, nämlich Actinoide, Antimon, Barium, Wismut, Brom, Cadmium, Cer, Caesium, Gold, Iod, Indium, Iridium, Lanthanoide, Blei, Quecksilber, Molybdän, Osmium, Platin, Polonium, Rhenium, Rhodium, Silber, Strontium, Tantal, Thorium, Zinn, Wolfram, Uran und Zirkon. Dabei wird die Menge für jedes dieser zwei Elemente mit mindestens 5 Gew.-% angegeben. Zur Auswahl der Elemente wird deren Absorptionsvermögen herangezogen, so dass deren Absorptionscharakteristiken zumindest in dem Bereich des Strahlungsspektrums von 10 keV bis 200 keV zueinander komplementär sind. Die spezifische Masse soll so ausgelegt sein, dass ein Bleiäquivalent von 0,1 mm erreicht wird. Die Dichte des gefüllten Materials liegt im Bereich von 2,8 g/cm³ bis 6,5 g/cm³. Die Zusammensetzung wird dadurch erhalten, dass die Bestandteile einem Schmelzmischer oder ähnlichen Einrichtungen (etwa Zwei-Walzen-Mischer, Banbury-Mischer, Farrel-Mischer, Buss-Kneter, Gelimat-Mischer o. dgl.) zugeführt werden. Das Gemisch wird dann durch Extrudieren, Kalendrieren, Formpressen o. dgl. in die gewünschte Form gebracht. Bei Zusammensetzungen mit hohem Metall-Gehalt ist es schwierig eine homogene Mischung zu erhalten; hier müssen intensiv arbeitende Mischaggregate eingesetzt werden. Hier kann es vorteilhaft sein, wenn zunächst konzentrierte Mischungen des Polymers mit dem Weichmacher und/oder den (metallischen) Füllern hergestellt werden, die dann durch Polymer-Zugabe "verdünnt" werden, ein Vorgehen, das bei zinnhaltigen Mischungen nicht anwendbar ist.

Nachteilig ist dabei, dass insbesondere metallische Füller sich nur ungenügend homogen in die Polymere einmischen lassen: diese Schwierigkeiten sind offenbar von den Dichte-Unterschieden und der Neigung zum Verklumpen solcher Füller bedingt. Durch diese Schwierigkeiten wird eine wirtschaftliche Herstellung eines solchen Strahlenschutzmaterials bis zur Unmöglichkeit erschwert. Aus den vorgenannten Druckschriften ergibt sich kein Hinweis darauf, wie Mischungen mit Blei-Ersatzstoffen im industriellen Maßstab wirtschaftlich so hergestellt werden können, dass diese Ersatzstoffe in feiner und gleichmäßiger Verteilung vorliegen.

Aus diesem Stand der Technik ergibt sich somit die Aufgabe, ein Verfahren so zu entwickeln, dass eine wirtschaftliche Herstellung eines Strahlenschutzmaterials mit homogener Verteilung der die Strahlung absorbierenden Bestandteile in industrieller Produktion ermöglicht wird.

Diese Aufgabenstellung wird durch die im Anspruch 1 enthaltenen Merkmale gelöst; vorteilhafte Weiterbildungen und bevorzugte Ausführungsformen beschreiben die Unteransprüche.

Als Polymer wird – wie aus EP 0 371 699 bekannt – vorteilhaft ein thermoplastisches, vulkanisierbares Elastomer eingesetzt, wie Naturkautschuk (NR) und/oder Polychloropren (CR) und/oder Nitrilbutadien (NBR) und/oder Styrolbutadien-Kautschuk (SBR) und/oder Butadien-Kautschuk (BR) und/oder Ethylen-Propylen-Terpolymerisat (EPDM)

und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder Polyurethan (PU) und/oder Isobutylen-Isopren-Kautschuk (CSM) und/oder Silikonkautschuk (VMO und MQ) und/oder Ethylen-Vinylacetat-Kautschuk (EVA) und/oder deren Verschnitte, oder aber ein nicht vulkanisierbares Elastomer wie Polypropylen/EPDM (PP/EPDM) und/oder Styrol-Ethylen-Butylen-Styrol (SEBS) und/oder Polyvinylchlorid-Nitrilbutadien (NBR/PVC) und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder deren Verschnitte.

Diesem Elastomer wird als strahlungsabsorbierender Füller ein Pulver eines Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen mit mehr als 80 Gew.-% zugesetzt; als solche sind - wie ebenfalls aus EP 0 371 699 vorbekannt - Antimon, Barium, Wismut, Brom, Cadmium, Cer, Caesium, Gold, Iod, Indium, Iridium, Blei, Quecksilber, Molybdän, Osmium, Platin, Polonium, Rhenium, Rhodium, Silber, Strontium, Tantal, Thorium, Zinn, Wolfram, Uran, Zirkon, Elemente aus der Gruppe der Lanthanoide und Elemente aus der Gruppe der Actinoide. Die Korngrößenverteilung dieser Pulver liegt dabei im Bereich von 20 µm bis 120 µm.

Diesem Pulver werden pulverförmige Zuschlagstoffe zugemischt. Als Zuschlagstoffe sind Magnesium-Aluminium-Silikat, Zinkstearat, Silikonharzpulver, Strontiumcarbonat, Bariumcarbonat, -sulfat, Calcium-Wolframat, Gadoxid, mit Zinndioxid dotiertes Bariumsulfat, Zink, Antimon, Elemente der Lanthanoiden-Reihe oder Elemente der Actinoiden-Reihe oder deren Gemische vorgesehen. Bei der Auswahl ist es vorteilhaft, ein Element oder dessen Verbindung auszuwählen, dessen Absorptionsspektrum dem des Pulvers korrespondiert. Die Feinheit des Korngrößenspektrums dieser Zuschlagstoffe entspricht mindestens dem des Pulvers. Durch dieses Pulver verlieren die Teilchen des Pulvers ihre Eigenschaft zu verklumpen, auch ist ihre Benetzbarkeit im Hinblick auf das Elastomer verbessert.

Das so gemischte Pulver wird in einem üblichen Mischaggregat mit dem Elastomer verknetet. Die beim Verkneten eingebrachte Arbeit läßt die Temperatur des Mischgutes ansteigen, die jedoch unter 180°C gehalten wird. Dieses Halten der Temperatur wird durch eine Kühlung mit einem geeigneten Kühlsystem erreicht, wobei die in Wärme umgewandelte Mischarbeit von dem durch das Kühlsystem geführte Kühlmittel übernommen und abgeführt wird. Eine andere Möglichkeit besteht darin, die Drehzahl der Mischwelle zu reduzieren; dadurch wird der Leistungs-Eintrag verringert, so dass ein freier Wärme-Abfluss für das Halten der Temperatur ausreichend sein kann. Anschließend wird die verknetete Masse dem Mischaggregat entnommen und zur Abkühlung und zusätzlichen Homogenisierung über gekühlte Walzwerke durchgelassen. Die so gebildete Masse wird anschließend auf einer Streifenschnidvorrichtung in Streifen geschnitten, die durch einen Strainer mit einem Siebeinsatz gepresst werden. Dieser Siebeinsatz weist ein Sieb mit einer Maschenweite von 5 µm bis 1000 µm auf; vorteilhaft werden Siebe mit einer Maschenweite von 15 µm bis 35 µm eingesetzt. Das so vorbereitete, gestrainte Gemisch wird anschließend in an sich bekannter Weise zu Folien weiterverarbeitet und ggf. nach Zumischen von für die Vulkanisation notwendigen Vernetzer vulkanisiert. Zu dieser weiteren Verarbeitung eignen sich weiter Walzwerke, wie Kalander, Rollerhead, Roller die oder andere, geeignete Walzwerke.

Vorteilhaft enthält das strahlungsabsorbierende Pulver ein Metall hoher Ordnungszahl z. B. Zinn oder dessen Verbindungen. Der Anteil des Zinn's liegt dabei im Bereich von 50 Gew.-% bis 100 Gew.-%. Erreicht der Zinnanteil 100%, ist das Pulver bleifrei, so dass Umweltgefährdungen bei Herstellung, Benutzung oder Recyclierung ausgeschlossen

werden können. Überraschend zeigt sich, dass das Vormischen mit diesen Zuschlagstoffen eine wirtschaftliche Verarbeitung des Pulvers mit dem sehr weichen und feinteiligen Pulver von Zinn oder Zinnverbindungen in Verbindung mit einem speziellen Mischverfahren ermöglicht. Dabei werden diese Zuschlagstoffe in einer Menge im Bereich von 0 Gew.-% bis 50 Gew.-%, bezogen auf die Menge des Pulvers, zugesetzt; ein bevorzugter Bereich liegt bei einem Zusatz von 2 Gew.-% bis 20 Gew.-% Zuschlagstoffe.

Das eingesetzte Elastomer wird vor der Eingabe in das Mischaggregat bis zu 20 ME-50 ME (Moony) plastifiziert. Dieses "Vorplastifizieren" ermöglicht das Anfahren des Mischers. Dabei kann das Elastomer auch abgebaut werden: dieser Abbau wird vorteilhaft bis 10 bis 100 ME (Moony) durchgeführt. Im Mischaggregat selbst wird die Temperatur der zu mischenden Masse im Mischkammervolumen unter 180°C gehalten, vorteilhaft zwischen 50°C und 140°C. Dabei erfolgt das Halten der Temperatur durch Einstellung des durch das Kühlsystem fließenden Kühlmittelstromes und/oder der Mischwellendrehzahl. Die Einstellung von Kühlmittelstrom und/oder Mischwellendrehzahl erfolgt in einer vorteilhaften Weiterbildung über einen Regelkreis, der mit einem die Temperatur der zu mischenden Masse aufnehmenden Temperaturfühler gekoppelt ist, und der auf ein den Kühlmittelstrom bzw. die Mischwellendrehzahl beeinflussendes Stellglied wirkt.

Füllungsgrades verkleinert. Diese Verkleinerung erfolgt dabei so lange, bis die Leistungsaufnahme für den Mischprozess über die der Leerlauf-Leistungsaufnahme ansteigt. Bei allen Mischaggregaten bedarf es zum Antrieb der Mischwelle einer Leistung, die von der Leerlauf-Leistungsaufnahme bis zur Vollast ansteigt. Ein effektives Mischen ist nur dann gewährleistet, wenn die Leistungsaufnahme oberhalb der Leerlauf-Leistungsaufnahme liegt. Durch die Verkleinerung des Mischerkammervolumens wird die zu mischende Masse gezwungen, im Bewegungsbereich der Mischorgane zu verbleiben und nicht auszuweichen. Üblicherweise wird das Mischkammervolumen mittels eines Stempels verkleinert, der in das Mischkammervolumen formschlüssig so lange eingeführt wird, bis die Leistungsaufnahme der Mischwelle über die Leerlauf-Leistungsaufnahme hinaus ansteigt. Die Verkleinerung des Mischkammervolumens wird aufgehoben, wenn die Leistungsaufnahme des Mischaggregats konstant geworden ist; diese Konstanz zeigt an, dass der Mischprozess abgeschlossen ist.

Bei einer ersten Ausführungsform des Verfahrens werden die vorgemischten Zuschlagstoffe portionsweise zugegeben. Dabei wird die nächste Portion jeweils dann zugegeben, wenn die Mischphase für die vorher zugegebenen Portion abgeschlossen ist. Der Abschluss der Mischphase ist in Abhängigkeit vom eingesetzten Mischertyp an folgenden Parametern zu erkennen:

- Konstanz der Leistungsaufnahme des Mischaggregates,
- Dem Mischaggregat zugeführte Arbeit, Konstanz der Temperatur des Mischgutes,
- Zeitablauf nach Erfahrungswerten, Mischerspezifische Erfahrungsparameter.

Bei einer zweiten Ausführungsform des Verfahrens werden die vorgemischten Zuschlagstoffe kontinuierlich zugegeben. Die Zugabegeschwindigkeit wird hier so bemessen, dass der Zeitraum der Zugabe länger ist als 1/4 der Verweilzeit der Masse im Mischaggregat. Vorteilhaft wird die Zugabe derart gesteuert, dass Leistungsaufnahme des Mischaggregats und Temperaturanstieg der zu mischenden Elastomer-Masse parallel verlaufen. Durch Einhaltung dieser Pa-

rameter ist eine die wirtschaftliche Produktion sicherstellende Zugabegeschwindigkeit erreichbar.

Die Erfindung wird an Hand der folgenden Verfahrensbeispiele näher erläutert, wobei sich die Gew.-%-Angaben auf die fertige Mischung beziehen:

Beispiel 1

Für ein Strahlenschutzmaterial mit einer Dichte von 3,71 g/cm³ und einem Strahlenabschirmfaktor von 2,80 mm mit einem Elastomer auf Naturkautschuk-Basis, mit Zinnpulver, mit dem Zuschlagstoff I (Erdalkaliwolframate) und dem Zuschlagstoff II (Oxide, Carbonate oder andere anorganische Verbindungen von Elementen der Lanthanoide-Reihe, etwa Gadolinium-Oxid oder Cercarbonat) werden 82,0 Gew.-% Zinnpulver
0,3 Gew.-% Zuschlagstoff I
5,0 Gew.-% Zuschlagstoff II
vermischt und portionsweise in
12,0 Gew.-% Kautschuk (NR)
der versetzt ist mit
0,3 Gew.-% Beschleuniger
0,4 Gew.-% Schwefel
eingemischt.

Beispiel 2

Für ein Strahlenschutzmaterial mit einer Dichte von 3,41 g/cm³ und einem Strahlenabschirmfaktor von 3,60 mm mit einem Elastomer auf der Basis eines Naturkautschuk-/Synthesekautschuk-Gemischs, mit Zinnpulver, mit dem Zuschlagstoff I (Erdalkaliwolframate) und dem Zuschlagstoff II (Oxide, Carbonate oder andere anorganische Verbindungen von Elementen der Lanthanoide-Reihe, etwa Gadolinium-Oxid oder Cercarbonat) werden 52,0 Gew.-% Zinnpulver
28,0 Gew.-% Zuschlagstoff I
6,5 Gew.-% Zuschlagstoff II
vermischt und kontinuierlich in
12,5 Gew.-% Kautschuk (NR/BR)
der versetzt ist mit
0,4 Gew.-% Beschleuniger
0,6 Gew.-% Schwefel
eingemischt.

Beispiel 3

Für ein Strahlenschutzmaterial mit einer Dichte von 3,63 g/cm³ und einem Strahlenabschirmfaktor von 3,00 mm mit einem Elastomer auf Synthese-Kautschuk-Basis, mit Zinnpulver, mit dem Zuschlagstoff I (Erdalkaliwolframate) und mit dem Zuschlagstoff II (Oxide, Carbonate oder andere anorganische Verbindungen von Elementen der Lanthanoide-Reihe, etwa Gadolinium-Oxid oder Cercarbonat) werden 60,0 Gew.-% Zinnpulver
6,0 Gew.-% Zuschlagstoff I
20,0 Gew.-% Zuschlagstoff II
vermischt und kontinuierlich in
12,5 Gew.-% Kautschuk (SBR)
der versetzt ist mit
0,4 Gew.-% Beschleuniger
0,6 Gew.-% Schwefel
eingemischt.

Beispiel 4

Für ein Strahlenschutzmaterial mit einer Dichte von

3,75 g/cm³ und einem Strahlenabschirmfaktor von 2,90 mm mit einem Elastomer auf Styrol-Ethylen-Butylen-Styrol Basis, mit Zinnpulver, mit dem Zuschlagstoff I (Erdalkaliwolframate) und mit dem Zuschlagstoff II (Oxide, Carbonate oder andere anorganische Verbindungen von Elementen der Lanthanoide-Reihe, etwa Gadolinium-Oxid oder Cercarbonat) werden

84,0 Gew.-% Zinnpulver
10,0 Gew.-% Zuschlagstoff I
6,0 Gew.-% Zuschlagstoff II
vermischt und kontinuierlich in
10,0 Gew.-% TPR (SEBS/SBS)
eingemischt.

Die nach den Beispielen 1 bis 4 erhaltenen Massen werden nach Durchgang durch einen Strainer zu Folien verarbeitet und anschließend zu den gewünschten Schurzen oder Umhängen o. dgl. konfektioniert.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Strahlenschutzmaterials aus einem mit einem Füller versetzten Polymer, wobei als Polymer ein synthetisches, thermoplastisches, vulkanisierbares Elastomer wie Naturkautschuk (NR) und/oder Polychloropren (CR) und/oder Nitrilbutadien (NBR) und/oder Styrolbutadien Kautschuk (SBR) und/oder Butadien-Kautschuk (BR) und/oder Ethylen-Propylen-Terpolymerisat (EPDM) und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder Polyurethan (PU) und/oder Isobutylen-Isopren-Kautschuk (CSM) und/oder Silikon-Kautschuk (VMO und MQ) und/oder Ethylen-Vinylacetat-Kautschuk (EVA) und/oder deren Verschnitte oder nicht vulkanisierbare Elastomere wie Polypropylen/EPDM (PP/EPDM) und/oder Styrol-Ethylen-Butylen-Styrol (SEBS) und/oder Polyvinylchlorid-Nitrilbutadien (NBR/PVC) und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder deren Verschnitte, und wobei als strahlungsabsorbierender Füller ein Pulver eines Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen mit mehr als 80 Gew.-% vorgesehen ist, **gekennzeichnet durch** folgende Verfahrensschritte:

a: Dem Pulver des Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen mit einer Korngrößenverteilung von 20 µm bis 120 µm werden pulverförmige Zuschlagstoffe zugemischt, wobei als Zuschlagstoffe Magnesium-Aluminium-Silikat, Zinkstercat, Silikonharzpulver, Strontiumcarbonat, Bariumcarbonat, -sulfat, Calcium-Wolframat, Gadoliniumoxisulfid, mit Zinndioxid dotiertes Bariumsulfat, Zink, Antimon, Elemente der Lanthanoiden-Reihe oder Elemente der Actinoiden-Reihe oder deren Gemische vorgesehen sind.

b: Das so gemischte Pulver wird in einem üblichen Mischaggregat mit dem Elastomer verknetet, wobei die Temperatur unter 180°C gehalten wird.

c: Die verknetete Masse wird dem Mischaggregat entnommen und zur Abkühlung und zusätzlicher Homogenisierung über gekühlte Walzwerke durchgelassen.

d: Die so gebildete Masse wird anschließend auf einer Streifenschnidvorrichtung in Streifen geschnitten, die durch einen Strainer mit einem Siebeinsatz (Maschenweite: 5 µm bis 1000 µm, vorteilhaft 15 µm bis 35 µm – nicht mm) gepresst wird.

e: Das so vorbereitete, gestrainte Gemisch wird anschließend in an sich bekannter Weise zu Folien

*Zuschlagstoffe
siehe*

weiterverarbeitet und ggf. nach Zumischen von für die Vulkanisation notwendigen Vernetzer vulkanisiert.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Pulver des Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen Zinn enthält, wobei der Anteil im Bereich von 50% bis 100% liegt. 5
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuschlagstoffe in einer Menge im Bereich von 0 Gew.-% bis 50 Gew.-% zugesetzt werden. 10
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass das eingesetzte Elastomer vor der Eingabe in das Mischaggregat bis zu 20 ME–50 ME (Moony) plastifiziert wird. 15
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Elastomer bis 10 ME bis 100 ME (Moony) abgebaut wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur im Mischvolumen des Mischaggregates unter 180°C im Bereich zwischen 50°C und 140°C gehalten wird, wobei das Halten der Temperatur durch Einstellen des Kühlwasserstromes und/oder der Mischwellendrehzahl erfolgt. 20
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Einstellen von Kühlwasserstrom und/oder Mischwellendrehzahl über einen Regelkreis erfolgt, der mit einem Temperaturfühler gekoppelt ist, und der auf ein den Kühlwasserstrom bzw. die Mischwellendrehzahl beeinflussendes Stellglied wirkt. 25
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Mischkammer des Mischaggregats zum Ausgleich des Füllungsgrades des Mischkammervolumens so verkleinert wird, dass die Leistungsaufnahme für den Mischprozess über die Leerlauf-Leistungsaufnahme ansteigt. 30
9. Verfahren nach Anspruch 8 dadurch gekennzeichnet, dass die Verkleinerung des Mischkammervolumens aufgehoben wird, wenn die Leistungsaufnahme des Mischaggregats konstant geworden ist. 35
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabe der vorgemischten Zuschlagstoffe portionsweise erfolgt. 40
11. Verfahren nach Anspruch 8 und 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabe einer weiteren Portion des vorgemischten Füllers dann erfolgt, wenn die jeweilige Mischphase abgeschlossen ist. 45
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabe der vorgemischten Zuschlagstoffe kontinuierlich erfolgt. 50
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabegeschwindigkeit so bemessen wird, dass der Zeitraum der Zugabe länger ist als 1/4 der Verweilzeit der Masse im Mischaggregat.
14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabegeschwindigkeit derart gesteuert wird, dass Leistungsaufnahme des Mischaggregats und Temperaturanstieg der zu mischenden Elastomer-Masse parallel verlaufen. 55

60

65

- Leerseite -

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox